

MANUFACTURE OF HIGH SILICON STEEL STRIP CONTINUOUS LINE

Patent number: JP62227078

Publication date: 1987-10-06

Inventor: ABE MASAHIRO; OKADA KAZUHISA; FUKUDA SHUZO; TANAKA YASUSHI; YAMATO MASAYUKI; TAKADA YOSHIICHI

Applicant: NIPPON KOKAN KK

Classification:

- **international:** C23C10/28; C23C16/24; C23C16/54; C23C16/56

- **european:** C21D8/12F4; C23C16/24; C23C16/56; H01F1/147S1; H01F1/147S1B

Application number: JP19860071485 19860328

Priority number(s): JP19860071485 19860328; CA19880579756 19881011

Also published as:

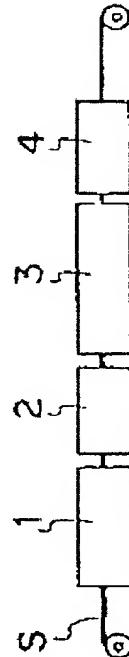
US5089061 (A1)
CA1323291 (A)

[Report a data error here](#)

Abstract of JP62227078

PURPOSE: To obtain the titled steel material having high quality in a continuous line in a short time without deforming a steel strip or melting the edge parts by subjecting the steel strip to siliconization by chemical vapor deposition (CVD), diffusion treatment, cooling and coiling.

CONSTITUTION: A steel strip S is heated to the CVD temp. or a temp. close to the CVD temp. in a heating furnace 1 without causing oxidation. The heated steel strip S is introduced into a CVD furnace 2, where it is continuously siliconized by CVD at 1,023-1,200 deg.C in an atmosphere of a nonoxidizing gas contg. 5-35mol% SiCl₄. The siliconized steel strip S is subjected to diffusion treatment in an atmosphere of a nonoxidizing gas contg. no SiCl₄ in a diffusion treatment furnace 3 to diffuse Si almost uniformly into the interior of the steel strip S. The steel strip S is then cooled in a cooling furnace 4 and coiled. The cooled steel strip S may be coated with an insulating film, baked and coiled as required.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 62-227078

(43)Date of publication of application : 06.10.1987

(51)Int.CI.

C23C 10/28
 C23C 16/24
 C23C 16/54
 C23C 16/56

(21)Application number : 61-071485

(71)Applicant : NIPPON KOKAN KK <NKK>

(22)Date of filing : 28.03.1986

(72)Inventor : ABE MASAHIRO
 OKADA KAZUHISA
 FUKUDA SHUZO
 TANAKA YASUSHI
 YAMATO MASAYUKI
 TAKADA YOSHIICHI

(54) MANUFACTURE OF HIGH SILICON STEEL STRIP CONTINUOUS LINE

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain the titled steel material having high quality in a continuous line in a short time without deforming a steel strip or melting the edge parts by subjecting the steel strip to siliconization by chemical vapor deposition (CVD), diffusion treatment, cooling and cooling.

CONSTITUTION: A steel strip S is heated to the CVD temp. or a temp. close to the CVD temp. in a heating furnace 1 without causing oxidation. The heated steel strip S is introduced into a CVD furnace 2, where it is continuously siliconized by CVD at 1,023W1,200°C in an atmosphere of a nonoxidizing gas contg. 5W35mol% SiCl4. The siliconized steel strip S is subjected to diffusion treatment in an atmosphere of a nonoxidizing gas contg. no SiCl4 in a diffusion treatment furnace 3 to diffuse Si almost uniformly into the interior of the steel strip S. The steel strip S is then cooled in a cooling furnace 4 and coiled. The cooled steel strip S may be coated with an insulating film, baked and coiled as required.



BEST AVAILABLE COPY

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

⑯ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭62-227078

⑬ Int.Cl.⁴

C 23 C 10/28
16/24
16/54
16/56

識別記号

厅内整理番号
6554-4K
6554-4K
6554-4K
6554-4K

⑭ 公開 昭和62年(1987)10月6日

審査請求 未請求 発明の数 2 (全9頁)

⑮ 発明の名称 連続ラインにおける高珪素鋼帯の製造方法

⑯ 特願 昭61-71485

⑰ 出願 昭61(1986)3月28日

⑱ 発明者 阿部 正広 横浜市港南区日野3丁目4

⑲ 発明者 岡田 和久 横浜市保土ヶ谷区常盤台363

⑳ 発明者 福田 僕三 横浜市金沢区西柴138-46

㉑ 発明者 田中 靖 横浜市港南区日野3丁目4

㉒ 発明者 大和 正幸 横浜市保土ヶ谷区常盤台363

㉓ 発明者 高田 芳一 川崎市多摩区生田1-19-7

㉔ 出願人 日本鋼管株式会社 東京都千代田区丸の内1丁目1番2号

㉕ 代理人 弁理士 吉原 省三 外1名

BEST AVAILABLE COPY

明細書

3. 発明の詳細な説明

[産業上の利用分野]

本発明は、連続ラインにおける化学気相蒸着(以下、CVDと称す)法による高珪素鋼帯の製造方法に関する。

[従来の技術]

電磁鋼板として高珪素鋼板が用いられている。この種の鋼板はSiの含有量が増すほど鉄損が低減され、Si: 6.5%では、磁歪が0となり、最大透磁率もピークとなる等最も優れた磁気特性を有することが知られている。

従来、高珪素鋼板を製造する方法として、圧延法、直接铸造法及び溶接法があるが、このうち圧延法はSi含有量4%程度までは製造可能であるが、それ以上のSi含有量では加工性が著しく悪くなるため冷間加工は困難である。また直接铸造法、所附ストリップキャスティングは圧延法のような加工性の問題は生じないが、未だ開発途上の技術であり、形状不良を起し易く、特に高珪素鋼板の製造は困難である。

1. 発明の名称 連続ラインにおける高珪素鋼帯の製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) 鋼帯を、SiCl₄をmol分率で5~35%含んだ無酸化性ガス雰囲気中で、化学気相蒸着法により1023~1200°Cの温度で連続的に溶珪処理し、次いで、SiCl₄を含まない無酸化性ガス雰囲気中でSiを鋼帯内部に緻均一に拡散させる拡散処理を施し、冷却後捲取ることを特徴とする連続ラインにおける高珪素鋼帯の製造方法。

(2) 鋼帯を、SiCl₄をmol分率で5~35%含んだ無酸化性ガス雰囲気中で、化学気相蒸着法により1023~1200°Cの温度で連続的に溶珪処理し、次いで、SiCl₄を含まない無酸化性ガス雰囲気中でSiを鋼帯内部に緻均一に拡散させた拡散処理を施し、冷却後絶縁被膜コーティングを施し、焼付処理後捲取ることを特徴とする高珪素鋼帯の製造方法。

特開昭62-227078 (2)

これに対し、溶珪法は低珪素鋼を溶製して圧延により薄板とした後、表面からSiを浸透させることにより高珪素鋼板を製造するもので、これによれば加工性や形状不良の問題を生じることなく高珪素鋼板を得ることができる。

[発明が解決しようとする問題点]

この溶珪法は、五弓、阿部により提案され、三谷、大西らにより詳しく検討されたものであるが従来提案された方法はいずれも浸透処理時間が30分以上と長く、事实上連続ラインには適用できないという根本的な問題がある。また処理温度も1230℃程度と極めて高いことから浸透処理後の薄鋼板の形状が極めて悪く、加えて処理温度が過過ぎるためにエッジ部が過加熱によって溶解するおそれがあり、連続ラインでの安定通板が期待できない。

本発明はこのような従来技術の欠点を改善するためになされたもので、溶珪法を用い、連続ラインにおいて短時間でしかも高品質の高珪素鋼板を安定して製造することができる方法の提供を目的

② センダスト合金の場合

C : 0.01 % 以下、 Si : 4 % 以下、 Al : 3 ~ 8 %、 Ni : 4 % 以下、 Mn : 2 % 以下、 Cr, Ti などの耐食性を増す元素 5 % 以下、 その他の不可避不純物は極力低い方が望ましい。

鋼帶は熱間圧延 - 冷間圧延により得られるものに限らず、直接鋳造・急冷凝固法により得られたものでもよい。

なお、鋼帶はCVD処理により板厚が減少するものであり、このため最終製品板厚に対し減少板厚分を付加した板厚のものを用いる必要がある。

本発明は、このような鋼帶にCVD法による溶珪処理 - 拡散処理を施すことにより高珪素鋼帶を得るものである。

第1図は本発明法を実施するための連続処理ラインを示すもので、1は加熱炉、2はCVD処理炉、3は拡散処理炉、4は冷却炉である。

鋼帶Sは加熱炉1でCVD処理温度またはその近傍まで無酸化加熱された後、CVD処理炉

とする。

[問題を解決するための手段]

このため本発明は鋼帶を、 $SiCl_4$ を mol 分率で 5 ~ 35 % 含んだ無酸化性ガス雰囲気中で、化学気相蒸着法により 1023 ~ 1200℃ の温度で連続的に溶珪処理し、次いで、 $SiCl_4$ を含まない無酸化性ガス雰囲気中で Si を鋼帶内部に略均一に拡散させる拡散処理を施し、冷却後捲取ることをその基本的特徴とする。

また本発明は、上記拡散処理 - 冷却後、絶縁被膜コーティングを施し、焼付処理後捲取るようにしたことを他の基本的特徴とする。

以下、本発明の詳細を説明する。

本発明において、母材たる鋼帶（出発鋼帶）の成分組成は、特に限定はないが、優れた磁気特性を得るために以下のように定めるのが好ましい。

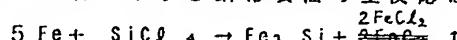
① 3 ~ 6.5 % Si - Fe 合金の場合

C : 0.01 % 以下、 Si : 0 ~ 4.0 %、
Mn : 2 % 以下、その他不可避不純物は極力低い方が望ましい。

2に導かれ、 $SiCl_4$ を含む無酸化性ガス雰囲気中でCVD法による溶珪処理が施される。

$SiCl_4$ を含む無酸化性ガスとは、中性或いは還元性ガスを意味し、 $SiCl_4$ のキャリアガスとしては Ar, N₂, He, H₂, CH₄ 等を使用することができる。これらキャリアガスのうち、排ガスの処理性を考慮した場合、 H₂, CH₄ 等は HCl を発生させその処理の必要性が生じる難点があり、このような問題を生じない Ar, He, N₂ が望ましく、さらに材料の窒化を防止するという観点からすればこれらのうちでも特に Ar, He が最も好ましい。

CVD処理における鋼帶表面の主反応は、



である。 Si 原子が鋼帶面に蒸着して $Fe_3 Si$ 層を形成し、 Fe₂ 原子が $FeCl_2$ となり、 $FeCl_2$ の沸点 1023℃ 以上の温度において気体状態で鋼帶表面から放散される。したがって Si 原子量が 28.086、 Fe 原子量が 55.847 であることから、鋼帶は質量減少し、これに伴い板厚も減少することになる。ち

特開昭62-227078 (3)

なみに、Si 3% 鋼帯を母材とし、CVD処理でSi 6.5% 鋼帯を製造すると、質量は 8.7% 減少し、板厚は約 7.1% 減少する。

従来法においてCVD処理に時間がかかり過ぎるのは、そのCVD処理条件に十分な検討が加えられていなかったことによるものと考えられる。本発明者等が検討したところでは、CVD処理を迅速に行うための要素には次のようなものがあることが判った。

- ① 霧囲気ガス中の $SiCl_4$ 濃度の適正化。
- ② 処理温度の適正化。
- ③ $SiCl_4$ の鋼帯表面への拡散及び $FeCl_2$ の鋼帯表面からの放散の促進。

このため本発明ではCVD処理における霧囲気ガス中のSi濃度及び処理温度を規定するものである。

まず、CVD処理における無酸化性ガス霧囲気中の $SiCl_4$ 濃度をmol 分率で 5~35% に規定し、このような霧囲気中で鋼帯を連続的にCVD処理する。

霧囲気中の $SiCl_4$ が 5% 未満であると期待す

断面を示すものであり、CVD処理直後のポイドはほぼ完全に消失している。これに対し第14図は $SiCl_4$ 40% でCVD処理し、その後拡散処理した鋼帯の断面を示すもので、ポイドが層状に残留していることが判る。

CVD処理温度は1023~1200°Cの範囲とする。CVD処理反応は鋼帯表面における反応であるから、この処理温度は厳密には鋼帯表面温度である。

CVD処理による反応生成物である $FeCl_2$ の沸点は1023°Cであり、この温度以下では $FeCl_2$ が鋼帯表面から気体状態で放散されず、鋼帯表面に液体状に付着して蒸着反応を阻害してしまう。本発明者らが行った基礎実験の結果では、この $FeCl_2$ の沸点を境に、単位時間当たりのSiの富化割合が著しく異なり、1023°C以下では蒸着速度が小さいため連続プロセスへの適用は困難である。このため処理温度の下限は1023°Cとする。

一方、上限を1200°Cと規定する理由は次の通りである。 Fe_3Si の融点は、第3図に示すFe-Si状態図から明らかのように1250°Cであるが、発明者

のSi富化効果が得られず、また、例えば鋼帯のSiを1.0% 富化するために5分以上も必要となる等、処理に時間がかかり過ぎ、連続プロセス化することが困難となる。

一方、 $SiCl_4$ を35%を超えて含有させても界面における反応が律速になり、それ以上のSi富化効果が期待できなくなる。

またCVD処理では、 $SiCl_4$ 濃度が高いほど所蔵カーケンダールポイドと称する大きなポイドが生成し易い。このポイドは $SiCl_4$ 濃度が15%程度まではほとんど見られないが、15%をこえると生成しはじめる。しかし、 $SiCl_4$ 濃度が35%以下では、ポイドが生成してもCVD処理に引き続き行われる拡散処理によりほぼ完全に消失させることができる。換言すれば $SiCl_4$ 濃度が35%を超えるとポイドの生成が著しく、拡散処理後でもポイドが残留してしまう。第12図は $SiCl_4$ 20%の霧囲気でCVD処理した直後の鋼帯断面を示すもので、蒸着層にはポイドがみられる。第13図はこの鋼帯を1200°C × 20minの拡散処理した後の

等の実験によれば、1250°Cより低い1230°C程度で処理した場合でも、鋼帯表面が部分的に溶解し、また、鋼帯エッジ部分が過加熱のため溶解する。このように1250°C以下でも鋼帯が溶解するのは、鋼帯表面では Fe_3Si 相当のSi濃度14.5%以上にSiが蒸着されているためであると推定される。これに対し処理温度が1200°C以下であれば鋼帯表面は溶解は全く認められず、また、エッジの過加熱も、鋼帯中心部の平均温度を1200°Cとすることで、1220°C程度におさえることが可能であり、微量な溶解で済むことが実験的に確認できた。以上の理由から、CVD処理温度は1023°C~1200°Cと規定する。

以上のようにしてCVD処理された鋼帯Sは、引き続き拡散炉3に導かれ $SiCl_4$ を含まない無酸化性ガス霧囲気中で拡散処理される。すなわち、CVD処理直後では、鋼帯表面近くはSi濃度が高く、中心部分では母材Si濃度のままであり、これを均熱・拡散処理し均一Si濃度とする必要がある。

この拡散処理は、鋼帯表面を酸化させないために、

特開昭62-227078(4)

無酸化雰囲気中で行う必要が有り、また高温で行うほど処理時間が少なくて済む。

この拡散処理は、一定温度で行ってもよいが、第3図のFe-Si状態図から判るように、拡散の進行とともに鋼帶表面部のSi濃度が減少しその融点が上がることから、拡散の進行に伴い鋼帶を溶解させない程度に徐々に昇温させる（例えば複数段階で昇温させる）ことにより、拡散を促進させることができる。例えば6.5%Si鋼の場合、エッジ部の過加熱を考慮しても1400℃までの昇温が可能である。

このような拡散処理後、鋼帶Sは冷却炉4で冷却され、しかる後捲取られる。鋼帶Sは通常、常温ないし300℃までの温間状態で捲取られる。一般に、Si含有量が多く（例えば4.0%以上）、板厚が比較的厚い鋼帶は温間で捲取るのが好ましい。

CVD処理速度を鋼帶の連続処理を可能ならしめるまで高めるには、上述したように雰囲気ガス中の $SiCl_4$ 濃度と処理温度の適正化を図ることが必要であるが、これに加え鋼帶表面への

$FeCl_2$ の鋼帶表面からの放散を著しく促進し、高い蒸着速度でしかも蒸着膜の不均一化を抑えつつCVD処理できることが判った。

このようなCVD処理性の向上は、吹付ノズルにより雰囲気ガスを鋼帶表面に吹付ける方法が特に有効である。第4図はこのノズル吹付方式による実施状況を示すもので、CVD処理炉2内に鋼帶Sに対して吹付ノズル5が配設され、鋼帶表面に $SiCl_4$ を含む雰囲気ガスが吹付けられる。第5図(a)及び(b)は、吹付ノズル5による吹付状況を示すもので、(a)に示すように鋼帶面に対して直角に、或いは(b)に示すように斜め方向から吹付けることができる。

このようなノズル吹付による単位時間当たりのSi富化割合は、ガスの鋼帶表面に対する衝突流速の増大に比例して大きくなるが、流速を過剰に大きくしても界面における反応律速となるためそれ以上のSi富化効果は期待できない。一般的には、 $5 Nm/sec$ 以下の流速で十分な効果が得られる。

また本発明では、上記拡散処理-冷却後、鋼帶

$SiCl_4$ 拡散と $FeCl_2$ の鋼帶表面からの放散とを促進することによりCVD処理速度をより高めることが可能となる。

従来では、CVD処理で反応ガスを大きく流動させると、蒸着層にポイドが発生し、また蒸着層の純度も低下するとされ、このためガス流動は必要最小限にとどめるという考え方が定着していた。しかし本発明者等の研究では、このようにガス流動が抑えられることにより、反応ガスの母材界面への拡散移動、及び反応副生成物の界面表面からの離脱がスムーズに行われず、このため処理に長時間を要すること、さらにはガス流動が抑えられるためCVD処理炉内の反応ガス濃度に分布を生じ、この結果蒸着膜厚の不均一化を招くことが判った。

そして、このような事実に基づきさらに検討を加えた結果、CVD処理炉において吹込ノズルにより雰囲気ガスを被処理材に吹付け、或いはファン等により雰囲気を強制循環させることにより $SiCl_4$ の鋼帶表面への拡散及び反応生成物たる

に連続的に絶縁被膜コーティングを施し、焼付処理後捲取るようにすることができる。第2図はこのための連続処理ラインを示すもので、6はコーティング装置、7は焼付炉である。

電磁鋼板は通常積層状態で使用され、この場合積層される各鋼板はそれぞれ絶縁される必要がある。このため電磁鋼板には絶縁皮膜コーティングが施される。Si含有量が4.0%以上の鋼帶は、常温状態ではせい性材料であり、ほとんど塑性変形しない。このため絶縁被膜コーティングをCVD処理ラインと別ラインで行った場合、コイルの捲戻し、捲取り時に鋼帶が破壊するおそれがある。そこで、本発明は拡散処理-冷却後、鋼帶Sにコーティング装置6で絶縁塗料を塗布し、次いで塗装焼付炉7で焼付処理する。

絶縁塗料としては、無機系、有機系の適宜なものを使いいることができる。無機系塗料としては、例えばリン酸マグネシウム、無水クロム酸、シリカゾル等が、また有機系塗料としてはプラスチック樹脂等が用いられる。塗料はロールコータ方式、

特開昭62-227078 (5)

スプレー方式等により鋼帶Sに塗布され、無機系塗料の場合には約800°C程度、有機系塗料の場合には200~300°C程度で焼付処理する。

なお前記加熱炉1では無酸化加熱が行われるものであり、このため電気間接加熱、通過加熱、誘導加熱、ラジアントチューブ間接加熱、直火還元加熱等の加熱方式を単独または適当に組み合せた加熱方法が採られる。なお、間接加熱方式を探る場合、加熱に先立ち電気洗浄等の前処理が行われる。前処理を含めた加熱方式として例えは次のようなものを採用できる

- ① 前処理-(予熱)-電気間接加熱(または誘導加熱)
- ② 前処理-(予熱)-ラジアントチューブ加熱-電気間接加熱(または誘導加熱)
- ③ (予熱)-直火還元加熱-電気間接加熱(または誘導加熱)
- ④ 前処理-(予熱)-ラジアントチューブ間接加熱(セラミックラジアントチューブ方式)
- ⑤ (予熱)-直火還元加熱

処理した場合を示す。なお、Si富化割合とは、母材当初のSi濃度に対するCVD処理-拡散処理後のSi増加分を示す。

これによれば、SiCl₄濃度5%以上、CVD処理温度1023°C以上において大きなSi富化効果が得られている。また同じ条件でも、吹付ノズルにより雰囲気ガスを吹付ける方法の場合、単に雰囲気中で鋼帶を通過せしめる場合に較べ格段に優れたSi富化効果(CVD処理性)が得られていることが判る。

第8図は同様のCVD処理炉-拡散処理炉を用い、雰囲気法Aとノズル吹付法Bの蒸着時間と鋼帶中Si濃度(拡散処理後のSi濃度)との関係を、Si:3%、板厚0.5mmの鋼帶をSiCl₄濃度21%、処理温度1150°CでCVD処理した場合について調べたものである。なお、ノズル吹付法では、スリットノズルにより鋼帶に対し垂直方向から0.2Nm/secの流速で雰囲気ガスを吹付けた。同図から判るように、6.5%Si鋼とするために雰囲気法Aでは7分かかるのに対し、ノズル吹付法Bで

また、冷却炉4での冷却方式に特に限定はなくガスジェット冷却、ミスト冷却、放射冷却等の各種冷却方式を単独または組合せた形で採用することができる。

本発明は、6.5%Si鋼帶のような珪素含有量が極めて高い鋼帶の製造に好適なものであることは以上述べた通りであるが、従来、圧延法で製造する場合に変形が多く歩留りが悪かったSi:2~4%程度の高珪素鋼帶も容易に製造できる利点がある。

【実施例】

○ 実施例-1

小型のCVD処理炉-拡散処理炉を用い、CVD処理性に対するSiCl₄濃度及びCVD処理温度の影響を調べた。その結果を第6図及び第7図に示す。

図中、Aが雰囲気法、すなわちノズル吹付を行わないでCVD処理した場合、またBがノズル吹付法、すなわち第4図に示すように雰囲気ガスを鋼帶面に0.5m/secの流速で吹き付けつつCVD

は1.5分で処理することができた。

第9図はこのようにして得られた鋼帶の磁気特性を示すもので、いずれの場合も良好な結果が得られている。

第10図はノズル吹付法における衝突ガス流速と鋼帶のSi富化割合(拡散処理後の割合)との関係を示すものであり、所定レベルまでは衝突ガス流速に比例して鋼帶のSi富化割合が増大している。

○ 実施例-2

第1図に示す連続プロセスで板厚0.35mm、幅900mm、Si3.5%含有鋼帶を母材とし、ラインスピード25mm/secでSi:6.5%含有鋼帶を製造した。なお、CVD処理炉では、吹付ノズル方式により、ArをキャリアガスとしたSiCl₄濃度20mol%の雰囲気ガスを、鋼板に対し0.3Nm/secのガス流速で吹き付けた。

第11図はこの場合の熱サイクルを示すもので、本実施例では拡散処理時に1200°Cから1320°Cの2段昇熱を実施した。この結果、W_{10/50}:0.55W/kgという極めて低鉄損の良質な6.5%Si鋼帶

を製造できた。

[発明の効果]

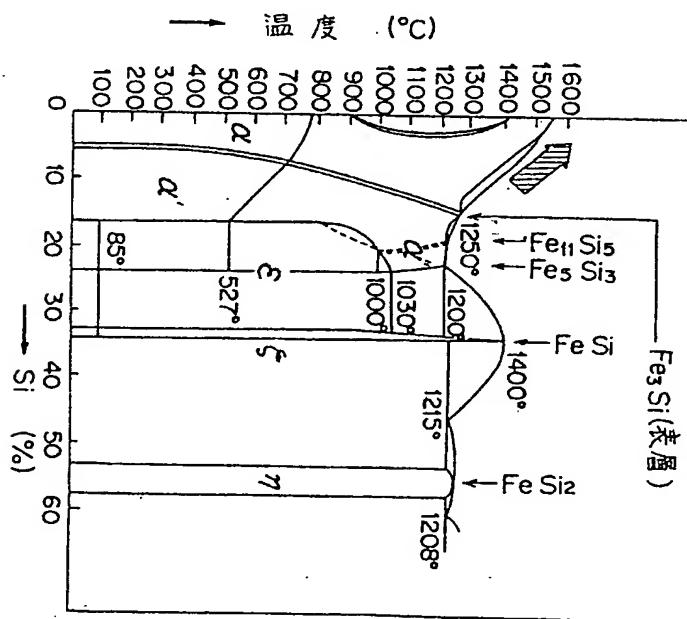
以上述べた本発明によれば連続ラインにおいて短時間でCVD処理を行うことができ、また1200°C以下の温度でCVD処理を行うため鋼帶の形状不良やエッジ部溶解等の問題を生じさせることなく、このためラインの長大化を招くことなく高品質の高珪素鋼板を能率的に製造することができる。

4. 図面の簡単な説明

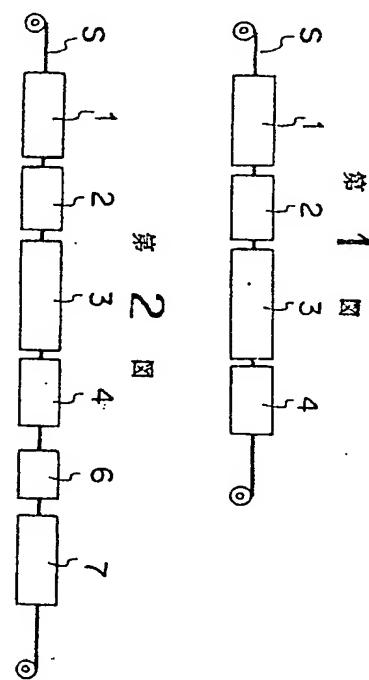
第1図及び第2図はそれぞれ本発明法を実施するための連続処理ラインを示す説明図である。第3図はFe-Si系状態図である。第4図及び第5図(1)、(2)はノズル吹付方式によるCVD処理状況を示すもので、第4図は全体説明図、第5図(1)及び(2)はそれぞれノズル吹付方法を示す説明図である。第6図はCVD処理におけるガス中SiCl₄濃度と鋼帶Si富化割合との関係、第7図はCVD処理温度と鋼帶Si富化割合との関係をそれぞれ示すものである。第8図は本発明におけるSi蒸着時

間と鋼帶中Si濃度との関係を、霧囲気法及びノズル吹付法で比較して示したものである。第9図は本発明法により得られた鋼帶の磁気特性を霧囲気法によるものとノズル吹付法によるもので比較して示したものである。第10図はノズル吹付法によるCVD処理において、霧囲気ガスの鋼帶に対する衝突ガス流速と鋼帶Si富化割合との関係を示すものである。第11図は本発明実施例における熱サイクルを示すものである。第12図ないし第14図は本発明材及び比較材たる鋼帶断面の金属性構造を示す顕微鏡拡大写真であり、第12図はSiCl₄ : 20%の霧囲気でCVD処理した直後の組織、第13図はその鋼帶を拡散熱処理した後の組織、第14図はSiCl₄ : 40%でCVD処理し、その後拡散処理した後の組織を示している。

図において、1は加熱炉、2はCVD処理炉、3は拡散処理炉、4は冷却炉、6はコーティング装置、7は焼付炉、Sは鋼帶である。

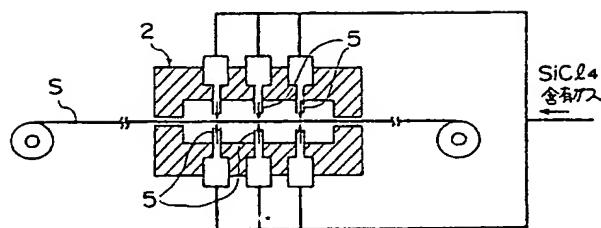


第3図

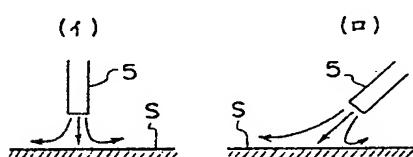


第1図

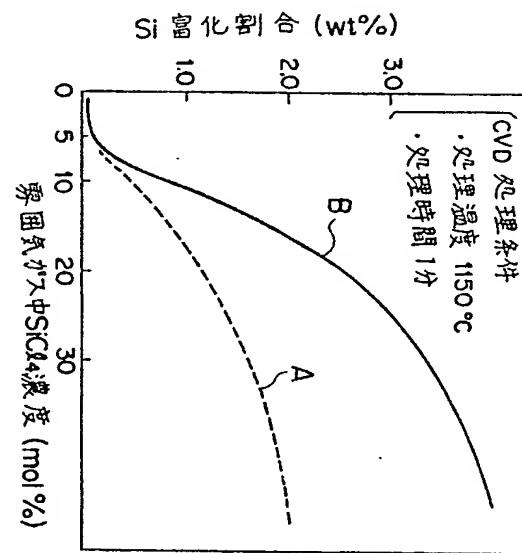
第4図



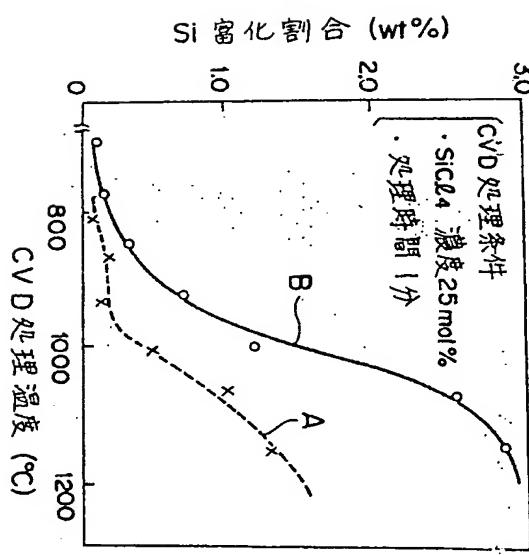
第5図



第6図



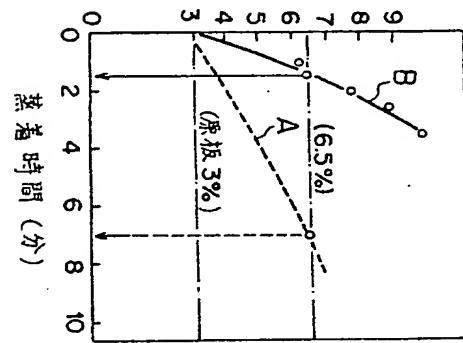
第7図



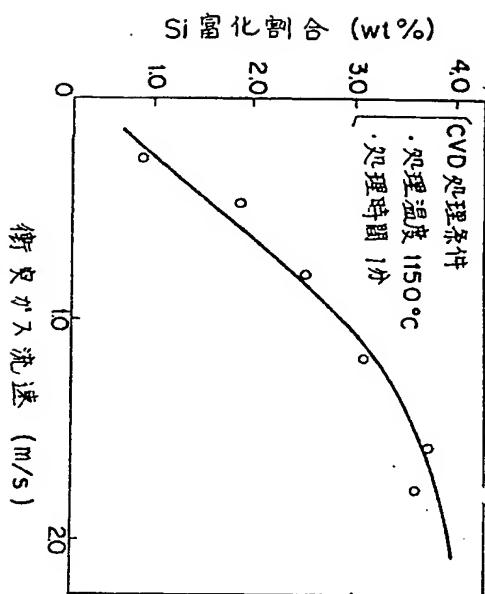
特開昭62-227078 (8)

第8図

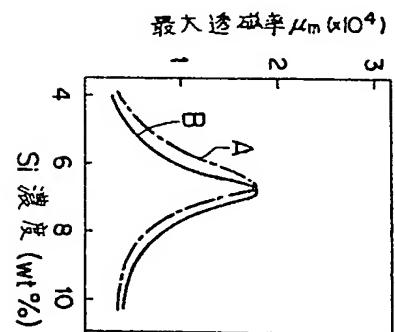
鋼帶中Si濃度(wt%)



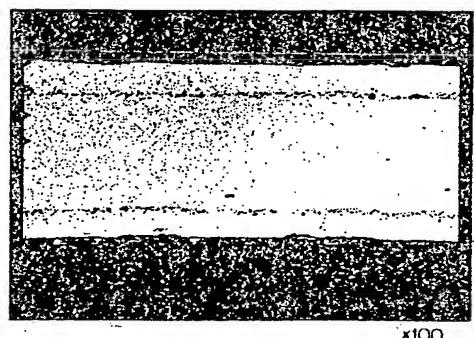
第10図



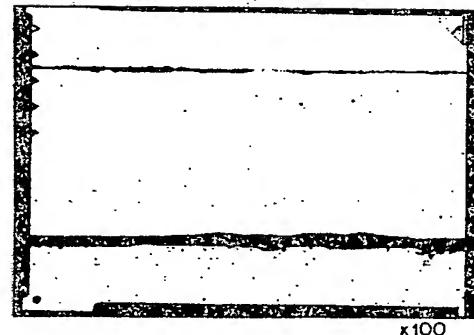
第9図



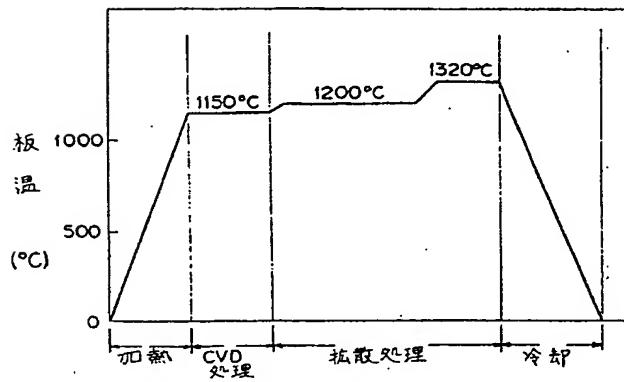
第12図



第13図



第11図



特開昭62-227078 (9)

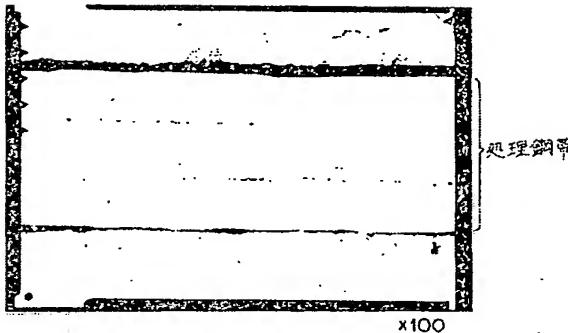
手 続 補 正 書(自発)

昭和 61 年 6 月 25 日

特許庁長官 宇賀道郎 殿

(特許庁審査官 殿)

第 14 図



1. 事件の表示

昭和 61 年 特 許 願第 71485 号

2. 発明の名称

連続ラインにおける高珪素鋼帶の製造方法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

(412) 日本鋼管株式会社

4. 代理人

東京都中央区銀座 3 丁目 5 番 12 号
タエグナム社 元町 (562) 4031 (代表)

(6824) 吉原省三



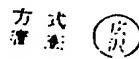
5. 補正命令の日付

昭和 61 年 6 月 25 日

6. 補正の対象

明細書中発明の詳細な説明の欄

7. 補正の内容 別紙のとおり



補 正 内 容

△ 本願明細書中第 16 頁 14 行目中「SICM」
とあるを『SICM』と訂正する。